

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-239507

(43)Date of publication of application : 27.08.1992

(51)Int.Cl. C08F 20/18  
C08F 2/48  
C09J 4/02

(21)Application number : 03-005789 (71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

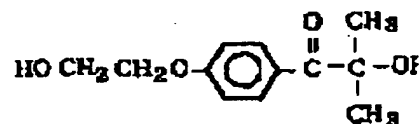
(22)Date of filing : 22.01.1991 (72)Inventor : UEDA TSUNEHISA  
NAKASUGA AKIRA

## (54) PHOTOPOLYMERIZABLE COMPOSITION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide the subject composition containing an alkyl (meth)acrylate ester and 4-(2-hydroxyethoxy)phenyl (2-hydroxy-2-propyl) ketone as a polymerization initiator, having high viscoelasticity and containing no solvent.

CONSTITUTION: The objective photopolymerizable composition contains 100 pts.wt. of a monomer component comprising (A) 60-100wt.% of at least one acrylate monomer (e.g. n-butyl methacrylate) selected from 1-12C (meth)acrylates, (B) 0-40wt.% of a vinylic monomer (e.g. acrylonitrile) copolymerizable with the acrylate monomer, and (C) 0.01-5 pts.wt. of a photopolymerization initiator consisting of 4-(2-hydroxyethoxy)phenyl (2-hydroxy-2-propyl) ketone of the formula. A viscoelastic product can be obtained by irradiating the composition with light to polymerize the monomer component.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-239507

(43)公開日 平成4年(1992)8月27日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 20/18	M L Y	7242-4 J		
2/48	M D J	8215-4 J		
C 0 9 J 4/02	J B L	7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3-5789

(22)出願日 平成3年(1991)1月22日

(71)出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 上田 倫久

埼玉県蓮田市大字黒浜3535番地

(72)発明者 中壽賀 章

埼玉県大宮市丸ヶ崎町48番地9

(54)【発明の名称】 光重合性組成物

(57)【要約】

【目的】 光重合開始剤を用いた溶剤不含の光重合性組成物であって、粘弾性と生産性を高水準に保持したアクリル系粘弾性製品を容易に製造できる光重合性組成物を提供すること。また、該光重合性組成物を用いた粘弾性製品の製造方法と、その製造方法で得られた粘弾性製品を提供すること。

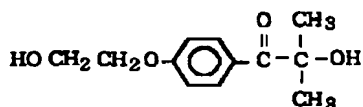
【構成】 炭素数1～12のアルキル基を有するアクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60～100重量%および該アクリレート系モノマーと共重合可能なビニル系モノマー0～40重量%を含むモノマー成分100重量部と、光重合開始剤〔4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン〕0.01～5重量部とを含む光重合性組成物。該光重合性組成物に光を照射して、前記モノマー成分を重合させることを特徴とする粘弾性製品の製造方法とその製造方法で得られた粘弾性製品。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 炭素数1～12のアルキル基を有するアクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60～100重量%および該アクリレート系モノマーと共重合可能なビニル系モノマー0～40重量%を含むモノマー成分100重量部と、

(b) 下記構造式1で表される光重合開始剤0.01～5重量部とを含む光重合性組成物。

## 【化1】



【請求項2】 請求項1記載の光重合性組成物に光を照射して、前記モノマー成分を重合させることを特徴とする粘弾性製品の製造方法。

【請求項3】 請求項2記載の製造方法で得られた粘弾性製品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アクリレート系の光重合性組成物に関し、さらに詳しくは、特定の光重合開始剤を含有する光重合性組成物ならびに該組成物から得られる粘弾性製品とその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 アクリル系ポリマーからなる粘弾性製品として、例えば、アクリル系粘着剤、アクリル系粘着テープ、アクリル系粘着シート、両面粘着テープ、発泡体類の粘着加工製品などが良く知られている。アクリル系粘着剤は、アクリル系ポリマーを主成分としているため、耐光性、耐候性、耐油性などに優れており、また、プラスチックフィルムや、紙などを表面基材としたアクリル系粘着テープは、粘着力、凝集力などの粘着性能、および耐熱性、耐候性などの耐老化性能に優れているため、広く使用されている。

【0003】 これらの粘弾性製品として代表的なアクリル系粘着テープを例にとると、該粘着テープは、一般に、アクリル酸アルキルエステルおよび/またはメタクリル酸エステルなどのアクリレート系モノマーを主成分とするビニル系モノマーを、有機溶剤で溶液重合して得られる粘着剤溶液、または、水系で乳化重合して得られるエマルジョンを、基材に塗布または含浸し、これを加熱乾燥して製造されている。

【0004】 上記の製造方法において、粘着剤溶液を用いる場合は、基材に塗布または含浸した粘着剤溶液を高温で乾燥するために、多くのエネルギーを必要とし、また、有機溶剤による大気汚染を防止するために、大規模な回収装置を必要とする。しかも、有機溶剤は引火しやすいため、安全保持のために充分な安全装置を必要とす

る。

【0005】 一方、エマルジョンを用いる場合は、水を蒸発させるために、有機溶剤を用いる場合よりも大きなエネルギーを必要とし、また、性能面でも重合時に混入する乳化剤により耐水性が低下する。さらに、水溶性モノマーが使用できないため、モノマー種が限定され、粘着テープに要求される多種多様なニーズへの対応力が弱いという欠点があった。

【0006】 ところで、米国特許第4,181,752号明細書には、アクリレート系モノマーを主成分とするビニル系モノマーに、ベンゾインメチルエーテルのようなタイプの、1分子中に光による開裂点が1個の開始剤(単官能開始剤)を含有させた溶剤不含の光重合性液状組成物を用い、この組成物に波長300～400nmの紫外線を0.1～7mW/cm<sup>2</sup>の光強度で照射して、上記ビニル系モノマーを重合させることにより、アクリル系粘着テープを製造する方法が開示されている。

【0007】 この方法は、紫外線の光強度を低くすることにより、上記ビニル系モノマーによる重合体の高分子量化を行ない、それにより粘着力、凝集力を高めたものである。そして、この方法によれば、溶剤を用いることなく粘着テープを製造できるため、前記した有機溶剤や水の使用に伴う問題点は解消される。ところが、この方法では、重合反応速度が遅いため、実用化するには生産性が悪いという欠点がある。この方法において、紫外線照射を途中で止めて重合反応時間を短縮しようとする、製品中の残存モノマー濃度が高くなり、臭気が問題になるとともに、粘着性能、特に凝集力が低下する。

【0008】 ところで、一般に、アクリレート系モノマーなどのビニル系モノマーの光重合において、重合反応速度は、光重合開始剤量と光強度の積の平方根に比例する。そこで、生産性を高めるために光重合開始剤の添加量を増加したり、あるいは光強度を高くして、重合反応速度を速くすると、得られる重合体の分子量が低下し、粘着テープの粘着力と凝集力とのバランスを高水準に保持することができない。このように従来の光重合技術では、アクリル系粘着テープのような粘弾性製品の諸物性と生産性とを高水準に保持することはできなかった。

【0009】 このような問題を解決するために、アクリレート系モノマーを主成分とするモノマー成分に、1分子中に光による開裂点を2カ所以上有する特定の光重合開始剤を含有させて光重合性組成物を得、これに光を照射するという方法が特開平2-160802号に開示されている。この方法によると、モノマー成分が速やかに重合し、残存モノマー量が極めて少ない高分子量の粘弾性を有するポリマーを得ることができる。しかしながら、この方法では、1分子中に光による開裂点を2カ所以上有する特定の光重合開始剤を、開裂点が1カ所の開始剤(単官能開始剤)から、わざわざ、合成しなければならないという困難があった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、光重合開始剤を用いた実質的に溶剤不含の光重合組成物から粘弾性製品を製造する方法において、粘弾性特性と生産性とを高水準に保持したアクリル系粘弾性製品を容易に製造することができる光重合性組成物を提供することにある。本発明の他の目的は、該光重合性組成物を用いたアクリル系粘弾性製品とその製造方法とを提供することにある。

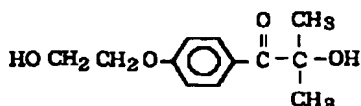
【0011】本発明者は、前記従来技術の有する問題点を解決するために鋭意研究した結果、アクリレート系モノマーを主成分とするモノマー成分に、単官能開始剤成分として、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン〔ダロキュア-2959：メルク社製〕を溶解した光重合性組成物を用いて、光重合により粘弾性製品を製造すると、高い分子量を有し、諸物性に優れたアクリル系粘弾性製品を高い生産性で得られることを見だし、その知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0012】

【課題を解決するための手段】かくして、本発明によれば、(a)炭素数1~12のアルキル基を有するアクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60~100重量%および該アクリレート系モノマーと共重合可能なビニル系モノマー0~40重量%を含むモノマー成分100重量部と、(b)下記構造式化2で表される光重合開始剤0.01~5重量部とを含む光重合性組成物が提供される。

【0013】

【化2】



また、本発明によれば、上記光重合性組成物に光を照射して、前記モノマー成分を重合させることを特徴とする粘弾性製品の製造方法、および該製造方法で得られた粘弾性製品が提供される。以下、本発明の構成要素について詳述する。

【0014】(モノマー成分)本発明で使用するモノマー成分は、炭素数1~12のアルキル基を有するアクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60~100重量%および該アクリレート系モノマーと共重合可能なビニル系モノマー0~40重量%を含むものである。

【0015】アクリレート系モノマー

アクリレート系モノマーとしては、アルキル基の炭素数が1~14、好ましくは4~12のアクリル酸アルキル

エステルまたはメタクリル酸アルキルエステルが用いられ、具体例としては、(メタ)アクリル酸n-ブチル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸イソオクチル、(メタ)アクリル酸イソノニルなどを挙げるができる。

【0016】これらは、それぞれ単独で、または2種以上を組み合わせ用いる。粘着性と凝集性のバランスなどから、通常、ホモポリマーのガラス転移温度が-50℃以下のアクリル酸アルキルエステルを主成分とし、モノマーとして、低級アルキル基の(メタ)アクリル酸エステルや下記のビニル系モノマーを用いることが好ましい。

【0017】ビニル系モノマー

アクリレート系モノマーと共重合可能な他のビニル系モノマーとしては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、N-置換アクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリレート、N-ビニルピロリドン、マレイン酸、イタコン酸、N-メチロールアクリルアミド、ヒドロキシエチルメタクリレートなどが挙げられる。

【0018】また、ガラス転移温度の低い重合体を形成するビニル系モノマー、例えば、テトラヒドロフルフリルアクリレート、ポリエチエングリコールアクリレート、ポリプロピレングリコールアクリレート、フッ素アクリレート、シリコンアクリレートなどのビニル系モノマーも用いることができる。これらのビニル系モノマーは、1種または2種以上を組み合わせ使用できるが、全モノマー成分中における使用割合が40重量%を超えると、アクリル系粘着剤としての粘着特性などが低下するので、好ましくない。

【0019】(光重合開始剤)構造式1の光重合開始剤

構造式1で表される光重合開始剤〔4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン〕は、市販品であり(商品名：ダロキュア-2959：メルク社製)、容易に入手できる。

【0020】本発明の光重合組成物においては、構造式1で表される光重合開始剤を主成分とする光重合開始剤は、前記モノマー成分100重量部に対して0.01~5重量部の割合で含有させる。この配合割合が0.01重量部未満であると、光重合開始剤が光エネルギーにより重合初期に消費されるために、未反応モノマーが残存しやすく、モノマーの臭いが残るだけでなく、凝集力が低下する。逆に、5重量部を超えると、重合反応速度は速くなるが、光重合開始剤の分解臭が激しくなり、また、分子量のばらつきが大きくなり、粘着性能も低下する。

【0021】光重合による重合体の重量平均分子量は、粘着特性からみて、約30~100万に調節するのが好ましく、約50~100万に調節するのがさらに好まし

5

い。したがって、目標とする重合体の分子量に応じて、光重合開始剤の配合割合は、上記範囲内で調節される。

#### 【0022】(任意成分) 光架橋剤

本発明の光重合組成物においては、耐熱性や高温での凝集力などを付与するために、上記の光重合開始剤と共に、光架橋剤を含有させるのが好ましい。このような光架橋剤としては、例えば、ヘキサシオールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ネオペンタチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、その他エポキシアクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレートなどがある。

【0023】かかる光架橋剤は、一般に、前記モノマー成分100重量部に対して、5重量部以下含有させることにより、光重合反応の過程で重合体分子間に架橋結合が生じ、粘弾性製品の耐熱性が向上する。粘弾性製品が粘着テープの場合には、高温での凝集力が増加し、高温での保持力が向上する。

#### 【0024】その他の添加剤

また、本発明においては、光重合性組成物に、増粘剤やチキソトロップ剤、増量剤や充填剤などの通常用いられる添加剤を配合してもよい。増粘剤としては、アクリルゴム、エポキシロリンヒドロリンゴムなどがある。チキソトロップ剤としては、コロイドシリカ、ポリビニルピロリドンなどがある。増量剤としては、炭酸カルシウム、酸化チタン、クレーなどがある。充填剤としては、ガラスパール、アルミナパール、セラミックパールなどの無機中空体；ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズなどの有機球状体；塩化ビニリデンパール、アクリルパールなどの有機中空体；ポリエステル、レーヨン、ナイロンなどの繊維などがある。

【0025】(粘弾性製品とその製造方法) 本発明の光重合性組成物は、例えば、粘着テープを始め、感熱接着剤シート、建築用や自動車用などのシーリング材、防振材中間膜など種々の粘弾性製品の製造に有用である。本発明の光重合性組成物を用いて粘弾性製品を製造するには、通常、この組成物中に溶存する酸素を除去するために、窒素ガスなどの不活性ガスでバージするか、あるいは、フェニルジイソデシルホスファイト、トリイソデシルホスファイト、オクタン酸第一錫などの酸素除去能のある化合物を添加する。酸素除去能のある化合物の添加により、雰囲気中の酸素濃度がある程度高くても十分な重合(硬化)を実現できる。

【0026】粘弾性製品として、例えば、粘着テープを製造する場合は、光重合性組成物を剥離紙、剥離型枠などの上に塗布または注入するか、あるいはプラスチック

6

フィルム、紙、セロハン、布、不織布、金属箔などの基材に塗布または含浸する。前者の場合には、基材の無い粘着テープが得られる。粘弾性製品として、シーリング材を製造する場合には、光重合性組成物を剥離性の細長い型などに注入して賦形する。

【0027】光重合性組成物を型枠や基材などに塗布、含浸または注入する際に、作業が円滑に行われるように、増粘剤やチキソトロップ剤で増粘することが好ましい。増粘方法としては、この他に、例えば、紫外線を少量照射して、予めモノマー成分の一部を重合させる方法もある。これらの塗布、含浸または注入作業に、空気(酸素)と接触しないように工夫された装置が用いられる。

【0028】型枠や基材などに塗布、含浸または注入後、光重合性組成物は、不活性ガスで置換されたボックス内を通され、石英ガラスやバイレックスガラス、ホウ酸ガラスごしに紫外線や可視光線などの光の照射が行なわれる。また、不活性ガス雰囲気中でなくても、型枠や基材などに塗布、含浸または注入された光重合性組成物の表面を離型性を有するポリエステルフィルムでカバーすることにより、空気との接触を防止して、光の照射を行なってもよい。この場合は、酸素除去能のある化合物を添加しておくことが好ましい。

【0029】光としては、通常、紫外線が用いられる。紫外線ランプとしては、通常、波長300~400nm領域にスペクトル分布を持つものが用いられるが、具体例としては、ケミカルランプ、ブラックライトランプ(東芝電材株式会社の商品名)、低圧、高圧または超高圧水銀ランプ、メタルハライドランプ、マイクロウエーブ励起水銀ランプ等がある。前二つのランプは、比較的低い光強度を得るために用いられ、後四つのランプは、比較的高い光強度を得るのに用いられる。光強度は、被照射体までの距離や電圧の調整によって、一般に、5~300mW/cm<sup>2</sup>程度とし、照射時間は0.3~5分程度とする。

【0030】紫外線などの光の照射により、アクリレート系モノマーを主成分とするモノマー成分の重合が行なわれ、粘弾性製品が得られる。前記程度の照射時間(重合反応時間)で、残存モノマー量が約0.3重量%以下であって、粘弾性製品の性能に悪影響を及ぼさない程度にまで減少させ、重合反応を実質的に完結させることができる。

【0031】なお、光の照射は、一定の光強度で行なってもよいが、二段階以上に分けて、それぞれの光強度を変えて照射することにより、粘弾性製品の物性をさらに精密に調整することもできる。

#### 【0032】

【作 用】本発明において、アクリレート系モノマーを主成分とするモノマー成分に、構造式1で表される光重合開始剤を含有させて光重合性組成物を得、これに光

7

を照射すると、この光重合開始剤が開裂してラジカルが生じ、上記モノマー成分が速やかに重合し、残存モノマー量が極めて少ない高分子量の粘弾性を有するポリマーが生成する。

【0033】このように得られるポリマーの高分子量化が図られる機構は必ずしも明らかではないが、単官能開始剤（1分子中に光による開裂点が1カ所の開始剤）でも、本発明で用いるヒドロキシアセトフェノンタイプの開始剤は、ベンゾインメチルエーテルのようなタイプの通常よく用いられている開始剤に比べ、開始剤が分解して出来た一次ラジカルがモノマーを攻撃し成長反応が開始する速度と、ポリマーの成長末端ラジカルと反応し成長反応が停止する速度との比が、相対的に大きいため、成長速度が同じ場合分子量が大きくなるのではないかと推測される。

【0034】

【実施例】以下、本発明について、実施例および比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例のみに限定されるものではない。

【0035】＜物性の測定＞粘着テープの物性測定

実施例および比較例で得られた両面粘着テープについて、次の測定方法により、粘着剤の重量平均分子量（光架橋剤を添加しない場合についてのみ測定）、残存モノマー量、ゲル分率・膨潤度、粘着力、保持力を測定した。

【0036】（1）重量平均分子量

テトラヒドロフランに溶解し、24時間放置したものから不溶物を除くことによって得た試料溶液を、ゲル透過クロマトグラフィー（GPC）により、標準ポリスチレンを基準として、屈折率検出計を用いて測定した。

【0037】（2）残存モノマー量

ポリエチレングリコール（ガスクロ工業社製；商品名20M）を担持したchromosorb Wを酸処理した分離カラム、および水素炎イオン化検出器を有するガスクロマトグラフ（GC-6A、島津製作所製）を用いて測定した。なお、測定用試料は、粘着剤試料100mgを5ccの酢酸メチルに溶解した溶液から2ccを採取し、この溶液2ccと2-エチルヘキシルメタクリレート酢酸メチルに溶解した内部標準液2ccとを混合して調整した。

【0038】（3）反応完結時間

光重合反応を起こしている試験サンプルから一定時間毎（例えば、1分毎）に、サンプルの一部を採り出し、（2）の方法で、残存モノマー量を測定する。片対数グラフの対数軸に残存モノマー量を取り、照射時間に対して残存モノマー量をプロットしそれらの点を結ぶ。残存モノマー量が、サンプルの0.3重量%になった時間（すなわち重合率が99.7重量%になった時間）をグラフより読み取り、その時間を反応完結時間とした。

【0039】（4）ゲル分率・膨潤度

8

粘着剤試料100mgをテトラヒドロフランに溶解し、24時間放置したものを200メッシュのステンレスフィルターで濾過する。濾取された膨潤ゲルの重量と、膨潤ゲルを100℃で2時間乾燥した乾燥ゲルの重量を測定することによって求めた。

【0040】（5）粘着力

両面粘着テープの片面に厚さ25μmのポリエステルフィルムを貼り付けて、幅25mm、長さ300mmの粘着テープとし、これを#280番の紙ヤスリで研磨されたステンレス板に、テープの一端から長さ100～200mmの部分を、2kgのローラーで一往復させて貼り付け、23℃、65%RHの条件で、このテープの他端をインストロン引張試験機で300mm/分の速度で180度角の反対方向に剥離し、その時の剥離抗力を測定し、粘着力（g/25mm幅）とした。

【0041】（6）保持力

両面粘着テープの片面に厚さ100μmのアルミニウム箔を貼り付けて幅25mmの粘着テープとし、これを#280番の紙ヤスリで研磨されたステンレス板に、テープの一端部を接着面積が幅25mm、長さ25mmとなるように2kgのローラーで一往復させて貼り付け、このテープの他端に1kgの重りを固定し、これを100℃の雰囲気中で吊し、テープとともに重りが落下するまでの時間を測定して、保持力（時間）とした。なお、この保持力は、通常、40℃で測定されるが、100℃の過酷な条件で測定を行ない測定時間を短縮し、また、最大150時間で測定を打ち切った。

【0042】【実施例1】2-エチルヘキシルアクリレート97重量%およびアクリル酸3重量%からなるモノマー成分100重量部に、構造式1で表される光重合開始剤[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン]（商品名：ダロキュア-2959；メルク社製）1.34重量部を添加し、攪拌機で攪拌して均一に混合し光重合性組成物を製造した。

【0043】得られた光重合性組成物を窒素ガスでバージして溶存酸素を除去してから、箔離剤で処理した透明ポリエステルフィルム上のナイロン不織布に含浸させ、その平面を上記と同じフィルムでカバーし、これをアプリケーションの絞りロールに通して厚みを均一にした。次いで、これに超高压水銀ランプを用いて、光強度30mW/cm<sup>2</sup>（波長365nm中心）で照射した。その結果、99.7重量%のモノマーが重合し、実質的に重合完結状態となるまでに要した時間は1.95分であった。得られたポリマーの重量平均分子量は32.9万であった。このようにして、膜厚160μmの両面粘着テープを製造した。

【0044】【実施例2】光重合開始剤としてのダロキュア-2959の配合量を0.67重量部、光強度を500mW/cm<sup>2</sup>とした以外は、実施例1と同様な方法で

両面粘着テープを作成したところ、重合完結に要した時間は2.30分、得られたポリマーの重量平均分子量は33.7万となり実施例1とほぼ同様であった。

【0045】【比較例1】光重合開始剤として、単官能のダロキュア-1173 ( $\alpha$ -ヒドロシキ- $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ジメチルアセトフェノン：メルク社製)を用い、その配合量を0.49重量部、光強度を14mW/cm<sup>2</sup>とした以外は、実施例1と同様な方法で両面粘着テープを作成したところ、得られたポリマーの重量平均分子量は33.7万となり実施例1とほぼ同等であったが、重合完結に要した時間は3.95分となり、非常に時間がかった。

【0046】【比較例2】光強度を50mW/cm<sup>2</sup>とした以外は、比較例1と同様な方法で両面粘着テープを作成した。重合完結に要した時間は1.95分となり実施例1と同様であったが、得られたポリマーの重量平均分子量は21.1万と小さく、凝集力の小さなものであった。

\*【0047】【比較例3】光重合開始剤として単官能イルガキュア-651 (ベンジルジメチルケタール：チバガイギー社製)を用い、その配合量を0.7重量部、光強度を6.7mW/cm<sup>2</sup>とした以外は、実施例1と同様な方法で両面粘着テープを作成したところ、得られたポリマーの重量平均分子量は32.3万で実施例1とほぼ同様であったが、重合完結に要した時間は3.70分となり、非常に長時間を要した。

【0048】【比較例4】イルガキュア-651の配合量を1.0重量部とした以外は、比較例3と同様な方法で両面粘着テープを作成した。重合完結に要した時間は2.17分となり実施例1とほぼ同じであったが、得られたポリマーの重量平均分子量は22.5万と小さく、凝集力の小さなものであった。実施例1～2、比較例1～4の結果を表1に示す。

【0049】

【表1】

\*

表1

		光重合性組成物の組成（重量部）					照射条件 光 強 度 (mW/cm <sup>2</sup> )	反応完結 時 間 (分)	重量平均 分子 量 (万)
		モノマー成分		光重合開始剤					
		2-エチルヘキシ ルアクリレート	アクリル 酸	ダロキュア- 2 9 6 9	ダロキュア- 1 1 7 3	イルガキュア 6 5 1			
実 施 例	1	9 7	3	1 . 3 4	—	—	3 0	1 . 9 5	9 2 . 9
	2	9 7	3	0 . 6 7	—	—	5 0	2 . 3 0	3 8 . 7
比 較 例	1	9 7	3	—	0 . 4 9	—	1 4	3 . 9 5	3 3 . 7
	2	9 7	3	—	0 . 4 9	—	5 0	1 . 9 5	2 1 . 1
	3	9 7	3	—	—	0 . 7	6 . 7	3 . 7 0	3 2 . 8
	4	9 7	3	—	—	1 . 0	6 . 7	2 . 1 7	2 2 . 5

【0050】【実施例3～6】2-エチルヘキシルアクリレート95重量部およびアクリル酸5重量部からなるモノマー成分100重量部に、構造式化1で表される光重合開始剤 (ダロキュア2959) 1.34重量部を添加し、さらに光架橋剤としてヘキサシジオールジアクリレートをそれぞれ0 (添加せず)、0.05、0.1、0.20重量部加え、均一に攪拌して液状シロップ

の光重合性組成物を得た。このシロップを用いて、実施例1と同様な方法により両面粘着テープを作成した。そのときのランプ強度は25mW/cm<sup>2</sup>で、照射時間は1.9分であった。その結果を表2に示す。

【0051】

【表2】



表2

		光重合性組成物の組成 (重量部)					照射条件		粘着テープの物性		
		モノマー成分		光重合開始剤		光架橋剤	光強度	照射時間	粘着力	保持力	残存
		2-エチルヘキシルアクリレート	アクリル酸	ダロキュア 2959	ダロキュア 1173	ヘキサシジオールジアクリレート	(mW/cm <sup>2</sup> )	(分)	(g/25mm)	(時間)	モノマー (重量%)
実施例	3	95	5	1.94	—	0	25	1.9	1500	0.1	0.28
	4	95	5	1.94	—	0.05	25	1.9	1250	2	0.25
	5	95	5	1.94	—	0.10	25	1.9	1120	60	0.90
	6	95	5	1.94	—	0.20	25	1.9	1000	8	0.29
比較例	5	95	5	—	0.49	0	50	1.9	1800	0.1	0.90
	6	95	5	—	0.49	0.10	50	1.9	1500	0.2	0.29
	7	95	5	—	0.49	0.20	50	1.9	1000	1	0.91
	8	95	5	—	0.49	0.40	50	1.9	900	0.3	0.28

表2から明らかなように、本発明によれば、高速反応においても高分子量ポリマーが得られ、また光架橋剤を配合することにより、さらに優れた粘着物性を発現することができる。

【0052】【比較例5～8】光重合開始剤としてダロキュア1173を0.49重量部添加し、また、光架橋剤としてヘキサシジオールジアクリレートをそれぞれ0(添加せず)、0.10、0.20、0.40重量部を用い、光強度を50mW/cm<sup>2</sup>で、照射時間を1.9分とした以外は、実施例3～6と同様な方法で両面粘着テープを作成した。このようにして作成した両面粘着テープの物性を評価し、その結果を表2に示す。比較例5～8の場合、主鎖高分子の分子量が小さいため、非架橋

状態では粘着力は高いものの保持力が小さく、逆に、架橋状態では、粘着力が低く、しかも界面破壊が起こりやすいため保持力も低くなった。

【0053】

【発明の効果】本発明の光重合性組成物は、高速に反応条件でも高い分子量の重合体が生成する開始剤が含有されており、このため、応力分散性、追従性、可撓性等に優れた粘弾性製品を生産性良く得ることができる。本発明を、例えば、粘着テープの生産に応用すると、従来法のような溶剤や乾燥エネルギー、溶剤回収装置を必要としないため、省資源省エネルギーの簡略プロセスによって低コストでの生産が可能となる。